# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

#### 世界知的所有権機關 園 鄭 事 務 鳥

## **PCT**

# 特許協力条約に基づいて公開された国際出願



(51) 国際特許分聚6 C02F 1/469, B01D 61/48 (11) 这颗公開番号

WO97/46

(43) 国際公開日

(81) 指定国

新付公開書類

国際資金報告書

1997年12月11日(11.12

(21) 国際出順番号

PCT/JP96/01517

CN, KR, US, 欧州特許 (DE, GB).

(22) 閉察出顧日

1996年6月3日(03.06.96)

(71) 出職人(米国を除くすべての指定国について) オルガノ株式会社(ORGANO CORPORATION)[JP/JP] 〒113 東京都文京区本郷5丁目5番16号 Tokyo, (JP)

(72) 発明者;および

(75) 発明者/出順人(米国についてのみ)

新明康孝(SHINMEL, Yasutaka)[JP/JP]

細田浩一(HOSODA, Koichi)[JP/JP]

田村真紀夫(TAMURA, Malcie)[JP/JP]

〒335 埼亚県戸田市川岸1丁目4番9号

オルガノ株式会社 総合研究所内 Saitama, (JP)

奥川克已(OKUGAWA, Katsumi)[JP/JP]

〒113 東京都文京区本郷5丁目5番16号

オルガノ株式会社内 Tokyo, (JP)

(74) 代理人

弁理士 細井 勇(HOSOI, Isamu)

〒104 東京都中央区銀座8-19-3

銀座竹葉亭ビル8階 Tokyo, (JP)

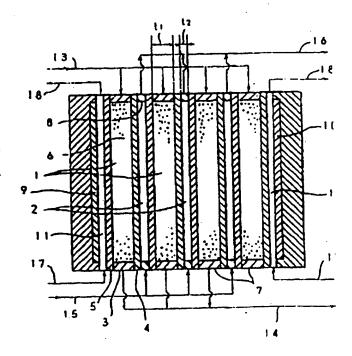
JAN U.S. FILTER CORPORATION PATENT ADMINISTRATION

(54)THM: PROCESS FOR PRODUCING DEIONIZED WATER BY ELECTRICAL DEIONIZATION TECHNIQUE

(54)発明の名称 電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法

#### (57) Abstract

A conventional process for producing deionized water by the electrical deionization technique using an electrical deionization apparatus provided with desalting chambers and concentration chambers arranged alternately is problematic in that the power consumption is high, though it is advantageous in that it can dispense with the regoneration of ion-exchange resins by using chemicals. In order to solve this problem, the process of the invention comprises supplying nontreated water and nonconcentrated water to, respectively, the desalting chambers and the concentration chembers in such a manner that the ratio of the flow rate of nontrested water to that of nonconcentrated water ranges from 6:1 to 12:1 and the linear velocity of both of the waters ranges from 15 to 150 m/h. The above-specified ratio and velocity are necessary to increase the amount of migration of impurity ions toward the concentration chambers to thereby increase the conductivity of these chambers.



# (57) 要約

電気脱イオン法により脱イオン水を製造するに当たっては、脱塩室及び濃縮室を交互に複数設けてなる電気式脱イオン水製造装置が用いられる。この電気脱イオン法はイオン交換樹脂を薬剤で再生する必要がないという利点を有するが、電力消費量が大きいという問題点がある。

本発明は、電気脱イオン法により脱イオン水を製造するに当たり、被処理水 と濃縮水の流量比が6:1~12:1であり且つ被処理水及び濃縮水の線速度 が75~150m/hrとなるように被処理水、濃縮水をそれぞれ脱塩室、濃 緒室へ流入する。

上記流量比及び線速度は、濃縮室への不純物イオンの移動量を多くして、濃縮室の導電性を高めるために必要な数値である。

李书赞侃

PCT/JP96/01517

١

## 明細書

## 電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法

#### 5 技術分野

本発明は半導体製造工業、製薬工業、食品工業等の各種の産業又は研究施設 等において利用される脱イオン水を電気脱イオン法により効率的に製造する脱 イオン水製造方法に関する。

## 10 背景技術

15

20

25

脱イオン水を製造する方法として、従来からイオン交換樹脂に被処理水を通して脱イオンを行なう方法が知られているが、この方法ではイオン交換樹脂がイオンで飽和されたときに酸及びアルカリ水溶液によって再生を行なう必要があり、このような処理操作上の不利を解消すべく近年、薬剤による再生が全く不要な電気脱イオン法による脱イオン水製造方法が確立され、実用化に至っている。

この電気脱イオン法は、カチオン交換膜とアニオン交換膜との間にイオン交換機能を充填して脱塩室を構成し、該脱塩室の両外側に濃縮室を設け、これら脱塩室及び濃縮室を陽電極と陰電極の間に配置し、電圧を印加しながら脱塩室に被処理水を、濃縮室に濃縮水をそれぞれ流入し、脱塩室において被処理水中の不純物イオンを除去すると共に、該不純物イオンを電気的に吸引して濃縮室に移動させて脱イオン水を製造するものであり、この方法によればイオン交換樹脂がイオンで飽和されることがないため薬剤による再生が不要であるという利点を有するが、一方において高い電圧を印加するため、この電力消費量の面から製造コストの上昇という問題を抱えており、いかに電力消費量を低減する

25

WO 97/46491

PCT/JP96/01517

2

かが重要な課題となっている。

上記の課題を解決するに当たって肝要なことは、脱塩室及び濃縮室に電気が流れ易くなるようにすること即ち、脱塩室、濃縮室の導電性を高めることである。ここにおいて脱塩室にはイオン交換体が充填されており、このイオン交換体は一種の導電体として機能しているから、導電性の改善という観点からは濃縮室の導電性が重要な因子となり、印加電圧低減という課題を解決するためには濃縮室の導電性を高めることが必要となる。

濃縮室の導電性を高める試みは幾つかなされている。第1の試みは濃縮水の流量を減少させる方法である。従来の電気脱イオン法による脱イオン水製造法においては、実用的な被処理水と濃縮水の流量比は3:1~5:1であり、その結果、被処理水が純水にまで脱イオンされた場合、濃縮水中における不純物イオンの濃縮倍率は4~6倍となっていた。そこで濃縮水の流量を減少させることによって濃縮倍率を高め、それにより導電率を高め、以て印加電圧を低減せしめるというのかこの第1の試みである。

15 しかしながら、濃縮室においてイオンの濃度勾配の発生を抑止し、Caイオン、Mgイオン等の硬度成分のスケール折出を防止するためにはある程度の流量で濃縮水を流して乱流を起こさせる必要があるが、上記の如く濃縮水の流量を減少させることは乱流の発生を不可能にするという問題がある。

第2の試みは濃縮水を循環して再利用することにより濃縮水のイオン濃度を 高め、それにより導電率を高めるという方法である。この方法では濃縮水を一 旦貯留するタンクと該タンクから濃縮水を送り出して循環させるためのポンプ が必要となり、設備が大型化し、運転管理も頃継となるという欠点がある。

第3の試みは濃縮水に塩や酸等の薬品を添加して導電率を高めるというものであるが、薬品を供給するための新たな設備を設けなければならず、同様に設備が大型化し、運転管理も頂雑になるという欠点がある。

15

20

25

WO 97/46491

3

PCT/JP96/01517

第4の試みは濃縮室にイオン交換樹脂を充填して導電性を高めるというものであるが、濃縮室の厚みが小さいためイオン交換樹脂を充填することが困難であり、実現性に乏しい。仮りにこのことを実現しようとすると濃縮室の厚みを増大する必要があり、装置が大型化するという問題が生じる。

5 このように濃縮室の導電性を高める幾つかの試みはそれぞれ欠点を内包し、 根本的な解決方法には至っていない。

本発明者等は叙上の点に鑑み、上記課題を解決すべく鋭意研究した結果、被処理水と濃縮水の流量比及び線速度を従来よりも大ならしめることにより濃縮室に移動するイオン量を増大し、それにより濃縮室の導電性を高めることができるという知見を得た。ところで被処理水と濃縮水の流量比及び線速度は処理水の水質に関係する因子でもあり、それらの数値をあまりに大きくすると処理水の水質を低下させる虞れがある。そこで本発明者等はこの点も考慮して更に研究を進めた結果、被処理水と濃縮水の流量比に関しては、被処理水と濃縮水の流量比に関しては、被処理水と濃縮水の流量比に関しては、被処理水と濃縮水の流量比に関しては、ででは高温に関しては、であるという結論がの流量にあるという結論が得られ、本発明を完成するに至った。

而して、本発明は濃縮室の導電性を高めて電流効率を向上し、それにより印 加電圧の低減化を実現し、以て経済的に有利な電気脱イオン法による脱イオン 水製造方法を提供することを目的としている。

#### 発明の開示

本発明は、カチオン交換膜とアニオン交換膜との間にイオン交換体を充填して脱塩室を構成し、上記カチオン交換膜、アニオン交換膜を介して脱塩室の両側に濃縮室を設け、これらの脱塩室及び濃縮室を陽極と降極の間に配置し、電

PCT/JP96/01517

圧を印加しながら脱塩室に被処理水を流入すると共に、濃縮室に濃縮水を流入して被処理水中の不純物イオンを除去し、脱イオン水を製造するに当たり、被処理水と濃縮水の流量比が6:1~12:1であり且つ被処理水及び濃縮水の線速度が75~150m/hrとなるように被処理水、濃縮水をそれぞれ脱塩室、濃縮室に流入するようにしたものである。本発明において上記した如き特定の流量比及び線速度を与えるためには、脱塩室の厚みを7~10mmとし、また濃縮室の厚みを0.5~2mmとすることが好ましい。

本発明によれば特定の流量比及び線速度で被処理水、濃縮水をそれぞれ脱塩室、濃縮室に流入するようにしたので、脱塩室で除去された不純物イオンが濃額室に移動する量が増大し、それにより濃縮室の導電性が高まり、装置全体としての電気抵抗を低減できる。その結果、同一量の脱イオン水を得る場合に従来より印加電圧を低下しても処理水質良好な脱イオン水を製造することが可能となり、電力消費量を低減できる効果がある。

また本発明によれば、従来より大なる流量比で被処理水を供給するので、同 15 一規模の装置で製造される脱イオン水の量も多くなり、その結果、装置を大型 にすることなく従来よりも大量処理が可能となる効果がある。

## 図面の簡単な説明

25

図1は本発明方法を実施するために用いる電気式脱イオン水製造装置の一例 20 を示す経断面略図である。

## 発明を実施するための最良の形態

本発明は電気脱イオン法によって脱イオン水を製造するものであり、本発明 を実施するに当たっては、カチオン交換膜とアニオン交換膜との間にイオン交換体を充填してなる脱塩室と、上記カチオン交換膜、アニオン交換膜を介して

15

25

WO 97/46491

PCT/JP96/01517

5

脱塩室の両側に設けられた濃縮室と、これらの両外側に配置された陽極、陰極 とを備えてなる電気式脱イオン水製造装置が用いられる。

このような電気式脱イオン水製造装置の一構成例は図1に示されている。以下、図1に示す装置を用いて脱イオン水を製造する場合を例にとり、本発明を詳細に説明する。

同図において1は脱塩室、2は濃縮室で、これらの脱塩室1、濃縮室2は交互に複数設けられている。一般的には脱塩室1を構成するに当たっては1個のモジュール品として製作される。即ち、四周枠状に形成された例えば合成樹脂からなる枠体3の両面にそれぞれカチオン交換膜4、アニオン交換膜5を接着し、その内部空間にイオン交換体、例えばイオン交換樹脂8(カチオン交換樹脂及びアニオン交換樹脂)を充填して脱イオンモジュール7を製作し、該脱イオンモジュール7内のイオン交換樹脂充填部を脱塩室1として構成する。

上記脱イオンモジュール7は離間して複数並設される。各脱イオンモジュール7、7間には四周枠状に形成されたゴムパッキン等の水密性部材からなるスペーサー8が介在され、このようにして形成される空間部を濃縮室2として構成する。濃縮室2の内部空間には、イオン交換膜4、5同士の密着を防止して 濃縮水の流路を確保するために、通常、イオン交換機維、合成樹脂製網体等の流路形成材が充填される。

上記の如き脱塩室!と濃縮室2との交互配列体の両側部に陽極9と陰極10 20 を配置し、特に図示しないが陽極9、陰極10の近傍にそれぞれ仕切膜を設け 、該仕切膜と陽極9との間の空間部を陽極室11として構成し且つ該仕切膜と 陰極10との間の空間部を陰極室12として構成する。

図中、13は被処理水流入ライン、14は脱イオン水流出ライン、15は濃縮水流入ライン、16は濃縮水流出ライン、17は電極水流入ライン、18は電極水流出ラインである。

5

10

PCT/JP96/01517

8

上記の如く構成される装置を用いて脱イオン水を製造するに当たっては、被処理水流入ライン13より被処理水を脱塩室1内に流入し、濃縮水流入ライン15より濃縮水を濃縮室2内に流入し、且つ陽極室11、陰極室12にそれぞれ電極水流入ライン17、17を通して電極水を流入する。尚、濃縮水としては、通常、脱塩室1に供給する被処理水と同じものが供給される。一方、陽極9、陰極10間に電圧を印加し、被処理水、濃縮水の流れの方向に対して直角方向に直流電流を通じる。

被処理水の脱塩室1における流量は濃縮水の濃縮室2における流量よりも大きくする必要があり、本発明においては被処理水と濃縮水の流量比は6:1~12:1、好ましくは8:1~10:1に設定される。即ち、被処理水の流量は濃縮水の流量の6~12倍、好ましくは8~10倍となるようにする。従来の一般的な、被処理水と濃縮水の流量比は3:1~5:1であり、この従来の流量比から比較すると本発明における被処理水の流量は大幅に増大している。

- 15 本発明において上記流量比を6:1~12:1としたのは、被処理水の流量 が濃縮水の流量の6倍未満では、濃縮室2における濃縮水のイオン濃度を充分 に増大できず、そのため濃縮室の導電性を高めることができず、また被処理水 の流量が濃縮水の流量の12倍を越えると、脱イオンの効率が低下して脱イオ ン水の水質を低下させる┇れがあるからである。
- 20 本発明は上記流量比が6: 1~12:1であるという条件を満足していれば足りるというものではない。被処理水を上記流量比の範囲内において脱塩室1に流入したとしても脱塩室1を流れる速度があまりに遅ければ同一の量の脱塩水を得ようとする場合に脱塩室1の厚みを厚くして脱塩室1の通水断面積を大きくしなければならないが、脱塩室1の厚みをあまりに厚くすると電流効率が悪くなるので好ましくない。そこで本発明においては脱塩室1内を流れる被処

PCT/JP96/01517

7

理水の線速度が上記流量比と共に重要な要素となる。本発明においては、脱塩 室1における被処理水の線速度は75~150m/hr、好ましくは、90~ 120m/hrに設定される。

本発明において上記線速度を75~150m/hrとしたのは、線速度が75m/hr未満では上述した如く、同一量の脱塩水を得ようとする場合に脱塩室1の厚みを厚くしなければならないので電流効率が悪くなり、また線速度が150m/hrを越えると、脱塩室1内での圧力損失が大きくなり過ぎて好ましくないと共に、被処理水がイオン交換樹脂と接触している時間が短くなって脱イオンの効率が低下し、脱イオン水の水質を低下させる虞れがあるからである。即ち、被処理水の線速度はその数値が大きい程、同一量の脱塩水を得るのに必要な脱塩室1の厚みが薄くなるので、電流効率を良くするという面からは被処理水の線速度は大きい方が好ましいが、脱イオン水の水質を低下させないで処理を行なうためには該線速度の上限は150m/hrとなる。

一方、濃縮室 2 における濃縮水の線速度も 7 5~1 5 0 m/h r に設定され 5。この数値範囲は被処理水の線速度と同じであるが、両者は必ずしも同じ数 値をとる必要はない。濃縮水の線速度の好ましい範囲は 7 5~1 0 0 m/h r である。

濃縮水の線速度が75m/hr未満では濃縮室2を流れる濃縮水に充分な乱流を生じさせることができない。通常、濃縮室を流れる濃縮水には脱塩室から 移動してきたイオンの濃度勾配が生じ、Naイオン、Caイオン、Mgイオン等のカチオンはアニオン交換膜5付近に最も多く分布し、C1イオン等のアニオンはカチオン交換膜4付近に最も多く分布する。従って、Caイオン、Mgイオン等の硬度成分の場合には濃縮室内において、スケール折出という現象を生じる虞れがある。このようなスケール折出を防止し、均一なイオン濃度とするためには濃縮水に充分な乱流を生じさせる必要があるが、この乱流を生じさ

PCT/JP96/01517

8

せるためには線速度が75m/hr以上である必要がある。

また濃縮水の線速度が150m/hrを越えると、通常、濃縮室2内には前述の如く、流路形成材が充填されているために濃縮室2での圧力損失が大きくなり過ぎて実用的でない。

- 5 而して、上記の如き条件の下に被処理水及び濃縮水がそれぞれ脱塩室1、濃縮室2に供給される。被処理水流入ライン13より流入した被処理水は下向流で脱塩室1を流下し、イオン交換樹脂6の充塡層を通過する際に不純物イオンが除かれ、それにより脱イオン水が得られ、この脱イオン水は脱イオン水流出ライン14より流出する。
- 10 一方、濃縮水流入ライン15より流入した濃縮水は濃縮室2を上向流で流入上昇する。脱塩室1内で除去された被処理水中の不純物イオンは電気的に吸引されてカチオン交換膜4又はアニオン交換膜5を通って濃縮室2に移動する。即ち、不純物イオンのうちNaイオン等のカチオンは陰極10側に吸引され、カチオン交換膜4を通って濃縮室2に移動し、またC1イオン等のアニオンは15 陽極9側に吸引され、アニオン交換膜5を通って濃縮室2に移動する。濃縮室2を流れる濃縮水はこの移動してくる不純物イオンを受け取り、不純物イオンを濃縮した濃縮水として濃縮水流出ライン16より流出する。電極水流入ライン17より陽極室11、陰極室12に流入した電極水は電極水流出ライン18より流出する。
- 20 本発明は脱塩室における被処理水の流量と、濃縮室における濃縮水の流量との流量比が6:1~12:1となるように被処理水、濃縮水を供給すると共に、それらの線速度が75~150m/hrとなるように被処理水、濃縮水を供給するものであるから、脱塩室1から濃縮室2に移動する単位時間当たりのイオンの移動量が飛躍的に多くなり、それによって濃縮室における濃縮水のイオンの移動量が飛躍的に多くなり、それによって濃縮室における濃縮水のイオンの複数を大きくでき、その結果、濃縮室2の電気抵抗が低下し、導電性が高め

PCT/JP96/01517

9

られる。

5

15

20

25

従来の一般的な、被処理水と濃縮水の流量比3:1~5:1においては、被処理水が純水まで脱イオンされるとした場合の濃縮水のイオン濃縮倍率は4~6倍であるが、本発明における流量比6:1~12:1の場合には、該イオン濃縮倍率は7~13倍となる。濃縮室に供給されたときの濃縮水の導電率に前記イオン濃縮倍率を乗じた値がほぼ濃縮室出口付近における濃縮水の導電率となるから、本発明においては、濃縮室出口付近における濃縮水の導電率は供給時の濃縮水の導電率の7~13倍となることを意味している。

本発明において上記した如き特定の流量比及び線速度を与えるためには、脱 10 塩室1の厚み(カチオン交換膜4とアニオン交換膜5とが対向する方向の間隔 をいう): t,を7~10mmとし、また濃縮室2の厚み(カチオン交換膜4 とアニオン交換膜5とが対向する方向の間隔をいう): t,を0.5~2mm とすることが好ましい。

本発明の実施に用いられる装置は図1に示すものに限られない。例えば同図 の装置は脱イオンモジュール7を用いて脱塩室1を形成しているが、脱塩室1 の形成方法はこれに限定されず、他の手段によるものでもよい。

また図1の装置は、脱塩室1への被処理水の流入方向と濃縮室2への濃縮水の流入方向が相互に反対の方向即ち向流式を採用しているが、本発明は上記流入方向が相互に反対方向(向流式)でも或いは同一方向(並流式)でもよい。ただ、向流式の場合には次のような利点がある。

即ち、図1を例にとり説明すると、脱塩室1における被処理水のイオン濃度は脱塩室の入口付近即ち脱塩室上部において最も高く、下方にいくに従って低くなる。また濃縮室2における濃縮水のイオン濃度は濃縮室の出口付近即ち濃縮室上部において最も高く、下方にいくに従って低くなる。従って、脱塩室1と濃縮室2の濃度分布の傾向性が一致し、脱塩室1と濃縮室2の上部において

PCT/JP96/01517

WO 97/46491

共にイオン濃度が最も高くなり、このイオン濃度の高いところで脱イオンが行なわれると脱イオン効率が良好となり、処理水の水質が顕著に向上する。

1 0

その結果、彼処理水の流量を大ならしめても並流式の場合よりもより充分に 不純物イオンを除去することができ、この点から本発明においては向流式が好ましい。

また並流式の場合は、濃縮室2の入口付近(例えば図1において濃縮室上部)において濃縮水のイオン濃度は最も低く、出口付近(例えば図1において濃縮室下部)にいくに従って高くなる。従って、この場合は脱塩室1と濃縮室2における濃度分布の傾向性が正反対となり、脱塩室と濃縮室におけるイオン濃度の濃度差が大きくなって、イオン濃度の高い濃縮室下部においては、イオン濃度の低い脱塩室下部にイオンが漏出する虞れが生じる。イオンの漏出は処理水の汚染を招くので避けなければならない。

これに対し向流式の場合は脱塩室 1 と誤縮室 2 におけるイオン濃度の濃度差は極めて小さいからイオン扁出の虞れはなく、この点からも向流式が好ましい

15 .

20

25

10

本発明において脱塩室1にはカチオン交換樹脂とアニオン交換樹脂が充填されるが、被処理水が最初にアニオン交換樹脂層を通過するようにすることが好ましい。従って、図1に示す如く被処理水が下向流で流入する場合には、脱塩 電1の上部にアニオン交換樹脂を充填し、その下部にカチオン交換樹脂を充填 することが好ましい(勿論、上向流の場合にはその顧序が逆になる)。このアニオン交換樹脂層とカチオン交換樹脂層の層構成は2層でも3層以上でもよい

即ち、下向流の場合を例にとり説明すると、脱塩室1の上部をアニオン交換 樹脂層とし、その下部をカチオン交換樹脂層とする、2層からなる態様及び該 上部をアニオン交換樹脂層、その下部をカチオン交換樹脂層とし、この順番に

15

WO 97/46491

PCT/JP96/01517

2組以上積層部が繰り返し設けられる、3層以上からなる態様がある。

1 1

またカチオン交換樹脂とアニオン交換樹脂の混合イオン交換樹脂層を設けることもでき、この場合の層構成としては、脱塩室1の上部をアニオン交換樹脂層とし、この積層部を1組設けるか或いは2組以上繰り返し設け、更にその下部に混合イオン交換樹脂層を設ける、3層以上からなる想様及び該上部をアニオン交換樹脂層とし、その下部を混合イオン交換樹脂層とする、2層からなる態様がある。

一般に被処理水中に不純物として含まれる弱酸成分は解離度が小さく除去が 困難である。例えば炭酸イオンについては炭酸ガスの水中における解離度が小 さく、多くの遊離炭酸を含み、またケイ酸イオンについてはシリカの解離度が 極めて小さく、いずれも除去率がかなり低いのが現状である。

被処理水が脱塩室において最初にアニオン交換樹脂層を通過するようにすると、このような弱酸成分の除去に関してその除去率を向上することができる。これは、被処理水が最初にアニオン交換樹脂に接触すると、不純物イオンの中で主にアニオンのみが脱イオンされ、しかも該アニオンのみが濃縮室に移動し、脱塩室の当該部分にはカチオンが残り、このカチオンに相当する量のアルカリが一時的に生成され、その結果、被処理水が一時的にアルカリ性となるため、弱酸成分の解離度が向上し、弱酸イオンの濃縮室への移動量も多くなって除去率を向上できるものと考えられる。

20 本発明は高い流量比で被処理水を流して、不純物イオンの濃縮室への移動量を多くするものであるから、被処理水を最初にアニオン交換樹脂層を通過するように供給することによって相乗作用的に不純物イオンとしてのアニオンの移動量が増大し、それにより被処理水のアルカリ性が高くなり、弱酸成分の除去効率を従来よりも向上できる利点がある。

25 この弱酸成分除去率向上のためには、被処理水が脱塩室において最初にアニ

10

15

20

25

WO 97/46491

PCT/JP96/01517

1 2

オン交換樹脂層を通過し、次いでカチオン交換樹脂とアニオン交換樹脂の混合 イオン交換樹脂層を通過するようにすることが最も好ましく、このような方法 によれば弱酸成分の除去率を更に向上することができる。

その理由は、アニオン交換樹脂層よりも混合イオン交換樹脂層の方が電気抵抗が大きく、そのためアニオン交換樹脂層に、より多くの電流が流れ、不純物イオンとしてのアニオンの除去及び铵アニオンの濃縮室への移動が効率よく進行することに基づくものと思われる。

本発明は、枠体3と両イオン交換膜4、5との間の空間部にイオン交換樹脂6を充填するに当たって、枠体3に分割用機を設けて、脱塩室1を複数に分割することもできる。

本発明において、イオン交換樹脂として、巨大綱目状構造のMR型やMP型 (マクロポーラス型)のイオン交換樹脂を用いることが好ましい。該樹脂は物 理的強度に優れ、ビーズ破砕を防止できる利点がある。ところで、従来はこの ビーズ破砕によって脱塩室内の流路が閉塞されるという問題があった。

即ち、脱塩室を構成する枠体3には脱イオン水流出口が設けられており、また分割用機を設けて脱塩室を例えば上下2部屋に分割した場合には、この分割用核に被処理水通過口が設けられており、これらの流出口、通過口にはイオン交換樹脂の樹脂粒が通過しないように通常、サランネットが貼付されている。しかしビーズ破砕が起きると、その破砕片はサランネットを通過しないためにそこで詰まりを起こしてしまい、脱塩室内の流路を閉塞するという不具合を生じていた。

本発明は上記MR型イオン交換樹脂等の如き巨大網目状構造のイオン交換樹脂を用いることによってこの問題に対処することができるが、更に本発明は、 脱塩室における上記被処理水通過口及び脱イオン水流出口を、イオン交換樹脂 粒は通過させないがビーズ破砕片は通過させる如きスリット間隙を有する櫛状

10

15

20

25

WO 97/46491

PCT/JP96/01517

1 3

のスクリーンとして構成することが好ましい。

このように構成すれば、仮りにMR型イオン交換樹脂等にビーズ破砕が起きても、その破砕片はスクリーンのスリットを通過するため流路の閉塞を防止できると共に、脱塩室の流速分布を均一にできる利点がある。尚、この場合、脱イオン水流出ライン14の適当な位置に、孔径100μm以下の多孔質フィルタを交換可能に取付けて、ビーズ破砕片を捕集するようにすることが好ましい

次に、実施例と比較例とを挙げて、本発明を更に詳細に説明する。

表1に示す水質の工業用水を逆浸透膜装置で処理して同表に示す水質の透過水を得た。この透過水を被処理水及び濃縮水として用い、図1に示したような電気式脱イオン水製造装置に供給した。この場合、該装置としては、2個の脱イオンモジュールを並設して構成されるもの(実施例)、及び同一サイズの4個の脱イオンモジュールを並設して構成されるもの(比較例1及び比較例2)を用いた。これらの装置における脱塩室、濃縮室にそれぞれ被処理水、濃縮水を通水し、脱イオン水を製造した。但し、図1と異なり、被処理水、濃縮水の流量に下向流で通水(即ち並流式で通水)した。この時の被処理水と濃縮水の流量比、被処理水、濃縮水の線速度、及び得られた脱イオン水の流量の条件は表2に示す通りである。尚、使用した脱イオンモジュールは脱塩室の厚みtiが8mm、濃縮室の厚みtiが0.8mmであり、また脱塩室内にはカチオン交換樹脂とアニオン交換樹脂を混合したものを脱塩室全体に高さ600mmで充填した。

また印加電圧、直流電流値は表3に示す通りである。該印加電圧は、脱イオン水抵抗率が10MΩ・cm以上という、良好な水質の脱イオン水を得るために必要な印加電圧である。濃縮水出口における濃縮水の導電率を測定すると共に、1000時間連続運転後の硬度成分のスケール生成の有無を観察した。結

PCT/JP96/01517

1 4

## 果を表3に示す。

上記結果から明らかなように、本発明は従来例である比較例1、比較例2の 1/2の装置規模で、かつ比較例1、比較例2より低い印加電圧で、比較例1 、比較例2とほぼ同じ量、同一水質の脱イオン水を得ることができる。しかも 、濃縮水の導電率が高い(即ち濃縮水のイオン濃度が高い)にも関わらず硬度 成分のスケール生成が起こらないことが判る。

## 産業上の利用可能性

本発明は半導体製造工業、製薬工業、食品工業等の各種の産業又は研究施設 10 等において利用される脱イオン水を電気脱イオン法により効率的に製造する脱 イオン水製造方法として有益なものである。

PCT/JP96/01517

1 5

表1

	工業用水	透過水
導電率(μS/cm)	278	5. 0
pH	6.7	5. 3
全カチオン(mg CaCO <sub>1</sub> /L)	114	1. 2
硬度成分 (mg CaCO <sub>1</sub> /L)	74	0. 2
全アニオン(mg CaCO <sub>1</sub> /L)	126	1. 5

表2

	脱イオン モジュー ル数量 (枚)	被処理水		. 濃縮水		流量比
		流量 (L/hr)	線速度 (m/hr)	流 量 (L/hr)	線速度 (m/hr)	(被処理水:濃縮水)
実施例	2	250	8 0	27	9 0	9. 3:1
比較例 1	4	250	4 0	8 0	9 0	3, 1:1
比較例2	4	250	4 0	2 7	9 0	9. 3:1

表3

	濃縮水導電率 (μS/cm)	印加電圧 (V)	直流電流値 (A)	スケール生成 の有無
实施例	5 2	5 0	2. 0	無
比較例 1	2 1	120	1. 0	無
比較例2	5 2	70	1. 0	有※

※ 濃縮室のアニオン交換膜麺に硬度成分のスケールが生成

5

10

PCT/JP96/01517

1 6

## 請求の範囲

- 1. カチオン交換膜とアニオン交換膜との間にイオン交換体を充填して脱塩室を構成し、上記カチオン交換膜、アニオン交換膜を介して脱塩室の両側に濃縮室を設け、これらの脱塩室及び濃縮室を陽極と陰極の間に配置し、電圧を印加しながら脱塩室に被処理水を流入すると共に、濃縮室に濃縮水を流入して被処理水中の不純物イオンを除去し、脱イオン水を製造する電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法において、被処理水と濃縮水の流量比が6:1~12:1であり且つ被処理水及び濃縮水の線速度が75~150m/hrとなるように被処理水、濃縮水をそれぞれ脱塩室、濃縮室に流入するようにしたことを特徴とする電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。
  - 2. 被処理水と濃縮水の流量比が8:1~10:1である請求の範囲第1項記載の電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。
- 3. 被処理水の線速度が90~120m/hrである請求の範囲第1項記載の 15 電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。
  - 4. 脱塩室の厚みを7~10mmとし、また濃縮室の厚みを0.5~2mmとして、所定の流量比及び所定の線速度で被処理水及び濃縮水を流すようにした 請求の範囲第1項配載の電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。
- 5. 脱塩室への被処理水の流入方向と濃縮室への濃縮水の流入方向が相互に反対の方向となるように被処理水、濃縮水をそれぞれ脱塩室、濃縮室に流入するようにした請求の範囲第1項記載の電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。
  - 6. 脱塩室に流入した被処理水が最初にアニオン交換体層を通過するようにした請求の範囲第1項記載の電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。
- 25 7. 脱塩室に流入した被処理水が最初にアニオン交換体層を通過し、次いでカ

PCT/JP96/01517

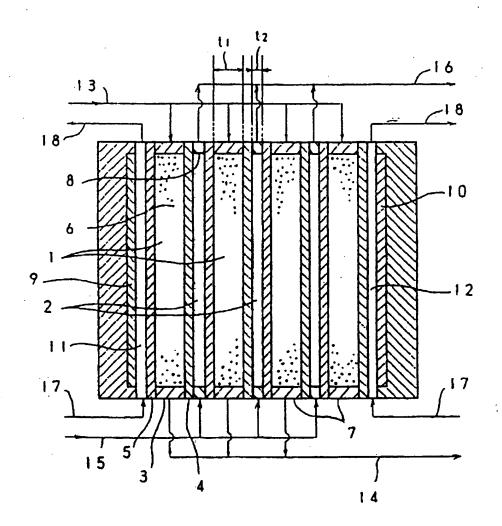
1 7

チオン交換体とアニオン交換体の混合イオン交換体層を通過するようにした請求の範囲第6項記載の電気脱イオン法による脱イオン水の製造方法。

PCT/JP96/01517

1/1

Fig. 1



#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interestional application No. PCT/JP96/01517 A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int. C16 C02F1/469, B01D61/48 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC FIELDS SEARCHED Minimum documentation anarched (classification system followed by classification symbols) Int. Cl<sup>5</sup> C02F1/469, B01D61/48, C02F1/42 Documentos serchod other thes minimum documentos Jitsuyo Shinan Koho Jitsuyo Shinan Kokai Koho Toroku Jitsuyo Shinan Koho om documentation to the extens that such docs
0 1926 - 1996
ai Koho 1971 - 1996 sees are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Keisai Koho 1996 Koho 1994 - 1996 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Category\* Relevant to claim No.  $\frac{\mathbf{X}}{\mathbf{Y}}$ JP, 4-071624, A (Japan Organo Co., Ltd.), March 6, 1992 (06. 03. 92), Page 1, lower left column, line 5 to page 2, upper left column, line 8 (Family: none) Y JP, 7-265865, A (Japan Organo Co., Ltd.), October 17, 1995 (17. 10. 95), Page 5, right column, lines 19 to 38; Fig. 1 (Family: none) JP, 52-047580, A (Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.), April 15, 1977 (15. 04. 77), Page 3, upper left column, lines 1 to 5 (Family: none) JP, 8-150393, A (Japan Organo Co., Ltd.), E 1 - 7 June 11, 1996 (11. 06. 96) (Family: none) har documents are listed in the continuation of Box C. See patent family snaex. teny decrement published after the interpariental (illing date or prior data and but in conflict with the application but clied to understa the principle or theory underlying the investion decreases defining the gas to be of perturber relevan ni etato of the art which is not security "B" coeffer document but published an or other the immension decrement of particular relovance; the cisi considered povel or canent he considere step when the decrement it taken alone document which may throw doubts on priority claim(s) or which is class to establish the publication data of zarober cludes or other special reason (as specifical) destinant of particular relevance; the claimed investion of considered to levelve on investive step when the doct considered with one or more other such decorposes, such com-buing obvious to a posses skilled in the art document published prior to the interactional filling data but leter then the priority data claimed Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report August 27, 1996 (27. 08. 96) September 3, 1996 (03. 09. 96) Name and mailing address of the ISA/ **Authorized** officer Japanese Patent Office

Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

Fecsionile No.

#### 国展购主報告

国際出願書号 PCT/JP96/01517

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl C02F 1/469, B01D 61/48

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl C02F 1/469, B01D 61/48, C02F 1/42

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国实用新套公領 1926-1996年

日本国実用新寮公開公報 1971-1996年

日本国登録実用新葉公報 1994-1996年

日本国实用新宾提他公報 1996年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

引用文献の		観測する
カテゴリーキ	引用文献名 及び一部の箇所が健康するときは、その健康する箇所の表示	請求の範囲の番号
<u>X</u>	JP4-071624A (オルガノ株式会社)	1-4.6.7
Ÿ	6. 3Я. 1992 (06. 03. 92).	<u>5</u>
_	第1頁左下欄第5行一第2頁左上欄第8行(ファミリーなし)	
<u>Y</u>	JP7-265865A (オルガノ株式会社)	5
	17. 10月. 1995 (17. 10. 95),	·
	第5頁右欄第19-38行,第1箇(ファミリーなし)	
<u>Y</u>	JP52-047580A (三菱建工株式会社)	5
	15. 4Я. 1977 (15. 04. 77),	
	第3頁左上機第1-5行(ファミリーなし)	

#### 図 C欄の続きにも文献が列挙されている。

□ パテントファミリーに関する別級を参照。

#### \* 引用支援のカテゴリー

- 「A」機能製造のある文献ではなく、一般的技術水準を示す も機能
- 「E」気管支管ではあるが、関係出版日以後に公表されたもの。
- 「し」優先権主張に顕義を提起する大赦又は他の大赦の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 大赦(理由を付す)
- 「〇」口頭による関示、使用、展示等に含及する文献
- 「P」国際出版日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出版

#### の日の後に公表された文献

- 「T」国際出版日文は優先日後に公表された文献であって ・ て出版と矛盾するものではなく、発明の原理又は通 論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は選歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」質一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

27. 08. 96

国際調査報告の発送日

03.09.96

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP) 毎使番号100

東京都千代田区麓が開三丁目4番3号

特許庁事金官 (権限のある職員) プラス 石井 淑久

4D 9344

7377 18421

電影響号 03-3581-1101 内線 3421

様式PCT/ISA/210 (第2ページ) (1992年7月)

国際調査報告 国際出願者号 P			CT/JP96/01517		
C(統含)。	経滅すると認められる文献				
川用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の値所が関連する	ときは、その製造する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号		
Ē	JP8-150393A (オルガノ株式会社) 11.6月、1996 (11.06.96) (		1-7		
		بنب			
	·				

ŗ,

20

25

- 2. The method for producing deionized water by an electrodeionization method according to Claim 1, wherein the flow ratio of the water to be treated and the concentrated water is from \$:1 to 10:1.
- 3. The method for producing deionized water by an electrodeionization method according to Claim 1, wherein the linear speed of the water to be treated is from 90 to 120 m/hr.
- 4. The method for producing deionized water by an electrodeionization method according to Claim 1, wherein the thickness of a demineralization chamber is from 7 to 10 mm and the thickness of a concentrating chamber is from 0.5 to 2 mm, and the water to be treated and the concentrated water thereby flow in a predetermined flow ratio and at a predetermined linear speed.
  - electrode onization method according to Claim 1, wherein the water to be treated and the concentrated water are fed respectively into a demineralization chamber and a concentrating chamber such that the direction in which the water to be treated flows into a demineralization chamber and the direction in which the concentrated water flows into a concentrated water flows into a concentrating chamber are made mutually opposing directions.

2

10

- 6. The method for producing deionized water by an electrodeionization method according to Claim 1, wherein the water to be treated that has been fed into a demineralization chamber first passes through an anion exchange bed.
- 7. The method for producing deionized water by an electrodeionization method according to Claim 6, wherein the water to be treated that has been fed into a demineralization chamber first passes through an anion exchange bed and then passes through a mixed ion exchange bed of a cation exchange medium and an anion exchange medium.

10

15

20

25

## WHAT IS CLAIMED IS:

A mathod for producing deionized water by an electrodeionization method in which a demineralization chamber comprises a space packed with an ion exchange medium disposed between a cation exchange membrane and an anion exchange membrane, a concentrating chamber is provided across the aforementioned cation exchange membrane and anion exchange membrane on both sides of the demineralization chamber, said demineralization chamber and concentrating chamber being disposed between an anode and a cathode, and the water to be treated is fed into the demineralization chamber while an electrical voltage is applied, such that ionic impurities in the water to be treated are meanwhile removed by feeding concentrated water into said concentrating chamber so as to produce deionized water thereby produced, and

wherein said method provides that the water to be treated and the concentrated water are fed respectively into said demineralization chamber and said concentrating chamber such that the flow ratio of the water to be treated and the concentrated water is from 6:1 to, 12:1 and the linear speed of the water to be treated and the concentrated water is from 75 to 150 m/hr.